

JP00/04117

22.06.00

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

#3 yku
32300

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 2月23日

REC'D 11 AUG 2000

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-045333

WIPO PCT

出 願 人
Applicant(s):

王子製紙株式会社
三洋化成工業株式会社

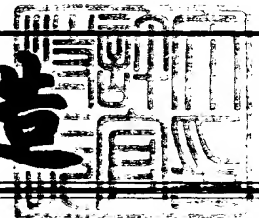
09/926709

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 7月28日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3058544

【書類名】 特許願

【整理番号】 12022310

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 D21C 3/00

【発明者】

【住所又は居所】 徳島県阿南市豊益町吉田 1 番地 王子製紙株式会社富岡工場内

【氏名】 矢野 研一郎

【発明者】

【住所又は居所】 京都市東山区一橋野本町 1 1 番地の 1 三洋化成工業株式会社内

【氏名】 前田 広景

【特許出願人】

【識別番号】 000122298

【氏名又は名称】 王子製紙株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 000002288

【氏名又は名称】 三洋化成工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100092749

【弁理士】

【氏名又は名称】 中西 得二

【電話番号】 06-6910-6786

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 平成11年特許願第180422号

【出願日】 平成11年 6月25日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012885

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

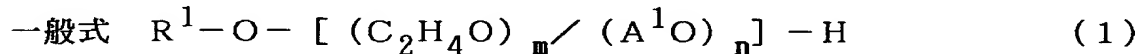
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 リグノセルロース物質の蒸解助剤およびパルプ製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記一般式 (1) で示される化合物の 1 種または 2 種以上の化合物からなるノニオン性界面活性剤 (A) を含有することを特徴とするリグノセルロース物質の蒸解助剤。



ただし、 R^1 は下記一般式 (2) で示される炭素数 4 ～ 24 の分岐アルキル基； m は平均が 4 ～ 20 となる 1 以上の整数； A^1 は炭素数 3 または 4 のアルキレン基； n は平均が 0 ～ 15 となる 0 または 1 以上の整数を示す。 n の平均が 1 ～ 15 の場合、[] 内の結合形式はランダム状および／またはブロック状である。

【化 1】

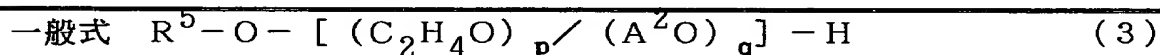


ただし、 R^2 、 R^3 は炭素数 1 ～ 17 の直鎖または分岐のアルキル基； R^4 は炭素数 1 ～ 17 のアルキレン基を示す。

【請求項 2】 脂肪族アルコールにアルキレンオキサイドを付加して得られるノニオン性界面活性剤 (B) を含有し、

ノニオン性界面活性剤 (B) が、下記一般式 (3) で表される化合物の 1 種または 2 種以上の混合物からなると共に、

ノニオン性界面活性剤 (B) の重量平均分子量 (M_w) と数平均分子量 (M_n) の比が下記関係式 (4) を満たすことを特徴とするリグノセルロース物質の蒸解助剤。



ただし、 R^5 は炭素数 4 ～ 24 の直鎖、分岐または環状の脂肪族 1 価炭化水素基； p は 4 ～ 20 の付加モル数； A^2 は炭素数 3 または 4 のアルキレン基； q は 0 または 1 ～ 15 の付加モル数を示す。 q が 1 ～ 15 の場合、[] 内の結合形

式はランダム状および／またはブロック状である。

関係式

$$M_w/M_n \leq -0.183 \times K^{-0.930} \times \ln X + 1.327 \times K^{-0.065} \quad (4)$$

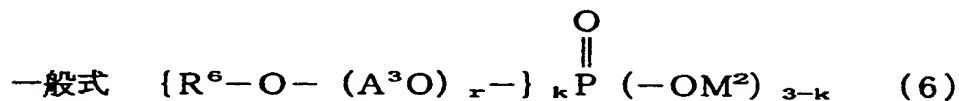
ただし、 $\ln X$ は X の自然対数； X は脂肪族アルコール1モル当たりのアルキレンオキシサドの平均付加モル数； K は一般式(3)の R^5 の炭素数を示す。

【請求項3】 ノニオン性界面活性剤(A)またはノニオン性界面活性剤(B)のHLBが6～18であることを特徴とする請求項1または2記載のリグノセルロース物質の蒸解助剤。

【請求項4】 下記一般式(5)で表されるアニオン性界面活性剤(C)または／および下記一般式(6)で表される化合物の1種または2種以上の化合物からなるアニオン性界面活性剤(D)を含有することを特徴とするリグノセルロース物質の蒸解助剤。



【化2】



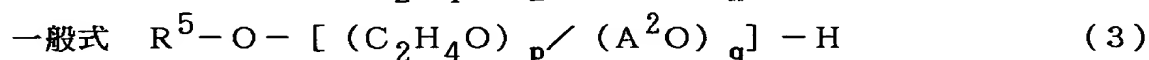
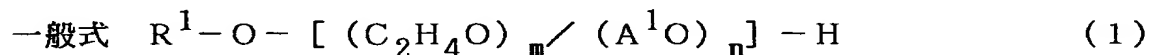
ただし、 R^6 は炭素数4～24の直鎖、分岐または環状の脂肪族1価炭化水素基； A^3 は炭素数3または4のアルキレン基； r は平均が0～15となる0または1以上の整数； k は1または2の整数； M^1 、 M^2 は一価の陽イオンを示す。

【請求項5】 イ、ノニオン性界面活性剤(A)または／およびノニオン性界面活性剤(B)と、

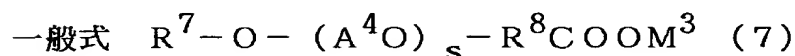
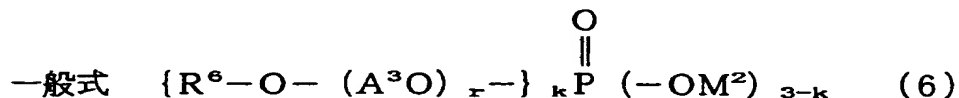
ロ、アニオン性界面活性剤(C)、アニオン性界面活性剤(D)およびアニオン性界面活性剤(E)の内から選ばれる1種以上のアニオン性界面活性剤を100/0.1～100/30の重量比率で併用した組成物を含有することを特徴とするリグノセルロース物質の蒸解助剤。

ただし、ノニオン性界面活性剤(A)は下記一般式(1)で表される化合物の1種または2種以上の化合物からなる。ノニオン性界面活性剤(B)は、脂肪族アルコールにアルキレンオキシサドを付加して得られるものであって、下記一般

式(3)で表される化合物の1種または2種以上の混合物からなると共に、重量平均分子量(M_w)と数平均分子量(M_n)の比が下記関係式(4)を満たすものである。アニオン性界面活性剤(C)は下記一般式(5)で表され、アニオン性界面活性剤(D)は下記一般式(6)で表される化合物の1種または2種以上の化合物であり、アニオン性界面活性剤(E)は下記一般式(7)で表される化合物の1種または2種以上の化合物である。



【化3】



ただし、R¹は下記一般式(2)で示される炭素数4～24の分岐アルキル基；R⁵、R⁶は炭素数4～24の直鎖、分岐または環状の脂肪族1価炭化水素基；R⁷は炭素数4～24の直鎖または分岐のアルキル基、アルケニル基またはモノもしくはジヒドロキシアルキル基；R⁸は炭素数1～6のアルキレン基；mは平均が4～20となる1以上の整数；pは4～20の付加モル数；A¹、A²、A³、A⁴は炭素数3または4のアルキレン基；n、r、sは平均が0～15となる0または1以上の整数；qは0または1～15の付加モル数；kは1または2の整数；M¹、M²、M³は一価の陽イオンを示す。n、qが1～15の場合、[]内の結合形式はランダム状および／またはブロック状である。

【化4】



ただし、R²、R³は炭素数1～17の直鎖または分岐のアルキル基；R⁴は炭素数1～17のアルキレン基を示す。

関係式

$$M_w/M_n \leq -0.183 \times K^{-0.930} \times \ln X + 1.327 \times K^{-0.065} \quad (4)$$

ただし、 $\ln X$ は X の自然対数； X は脂肪族アルコール1モル当たりのアルキレンオキシドの平均付加モル数； K は一般式(3)の R^5 の炭素数を示す。

【請求項6】 リグノセルロース物質を、蒸解助剤の存在下で、アルカリ蒸解または亜硫酸塩蒸解して、パルプを製造する方法において、

蒸解助剤として、請求項1～5のいずれかに記載の蒸解助剤(甲)を使用することを特徴とするパルプ製造方法。

【請求項7】 リグノセルロース物質を、蒸解助剤の存在下で、アルカリ蒸解または亜硫酸塩蒸解して、パルプを製造する方法において、

蒸解助剤として、キノン系蒸解助剤および／またはポリサルファイドと、請求項1～5のいずれかに記載の蒸解助剤(甲)を併用することを特徴とするパルプ製造方法。

【請求項8】 蒸解助剤(甲)をあらかじめリグノセルロース物質に添加しておいて、蒸解を行うことを特徴とする請求項6または7記載のパルプ製造方法。

【請求項9】 蒸解助剤(甲)の添加後、添加中および／または添加前に、リグノセルロース物質を加熱することを特徴とする請求項8記載のパルプ製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、リグノセルロース物質のアルカリ蒸解または亜硫酸塩蒸解用の蒸解助剤及びパルプ製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

木材や非木材(草本類等)のリグノセルロース物質のアルカリ蒸解または亜硫酸塩蒸解によって、パルプを製造するに際し、原木原単位やエネルギー原単位を低下させて、良質な製品を経済的に生産するために、少量のヒドロキシアントラ

セン誘導体を添加して、蒸解を行う方法が広く知られている（特開昭53-74101号公報等）。また、キノン系蒸解助剤の効率をさらに高めるために、水溶性ジヒドロキシアントラセン化合物と浸透促進剤を添加して、蒸解するパルプの製造方法も知られている（特公平1-20276号公報）。さらに、蒸解工程用の脱樹脂剤として、アルキルポリオキシアルキレンエーテルカルボン酸塩を蒸解工程に使用することも知られている（特公昭53-28522号公報）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

従来のキノン系蒸解助剤を使用する方法では、キノンのパルプへの浸透を高めることが課題であった。例えば、特公平1-20276号公報に示すような浸透剤を添加しても、パルプ収率、蒸解速度およびパルプ品質の向上には不十分であった。また、特開昭53-28522号公報に示すような界面活性剤の蒸解工程での使用は、脱樹脂には効果があるものの、パルプ収率の向上、蒸解速度の向上およびパルプ品質の向上には十分な効果が得られていなかった。

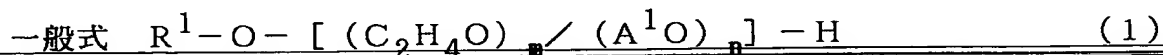
【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、リグノセルロース物質の蒸解工程において、パルプ収率、蒸解速度およびパルプ品質の向上を図る目的で、鋭意研究を重ねた結果、特定の化合物を蒸解助剤として使用することにより、蒸解後のパルプ収率の向上、蒸解後のカップー価の低下、蒸解速度の向上、蒸解時の蒸気エネルギーの低減、蒸解液の硫化度の低減および蒸解液の活性アルカリの低減を達成でき、さらに、比引裂強度、裂断長および比破裂強度を向上できて、パルプ品質の向上ができることを見出した。

【0005】

すなわち、本発明のリグノセルロース物質の蒸解助剤の第1の態様の特徴とするところは、下記一般式（1）で示される化合物の1種または2種以上の化合物からなるノニオン性界面活性剤（A）を含有する点にある。



ただし、 R^1 は下記一般式（2）で示される炭素数4～24の分岐アルキル基

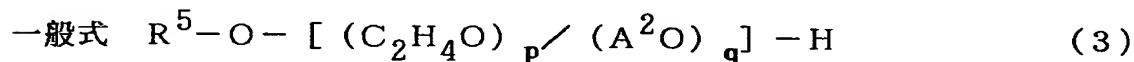
; m は平均が 4 ～ 20 となる 1 以上の整数; A^1 は炭素数 3 または 4 のアルキレン基; n は平均が 0 ～ 15 となる 0 または 1 以上の整数を示す。n の平均が 1 ～ 15 の場合、[] 内の結合形式はランダム状および/またはブロック状である。

【化 5】



ただし、 R^2 , R^3 は炭素数 1 ～ 17 の直鎖または分岐のアルキル基; R^4 は炭素数 1 ～ 17 のアルキレン基を示す。

また、本発明のリグノセルロース物質の蒸解助剤の第 2 の態様の特徴とするところは、脂肪族アルコールにアルキレンオキサイドを付加して得られるノニオン性界面活性剤 (B) を含有し、ノニオン性界面活性剤 (B) が、下記一般式 (3) で表される化合物の 1 種または 2 種以上の混合物からなると共に、ノニオン性界面活性剤 (B) の重量平均分子量 (M_w) と数平均分子量 (M_n) の比が下記関係式 (4) を満たす点にある。



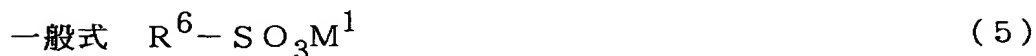
ただし、 R^5 は炭素数 4 ～ 24 の直鎖、分岐または環状の脂肪族 1 価炭化水素基; p は 4 ～ 20 の付加モル数; A^2 は炭素数 3 または 4 のアルキレン基; q は 0 または 1 ～ 15 の付加モル数を示す。q が 1 ～ 15 の場合、[] 内の結合形式はランダム状および/またはブロック状である。

関係式

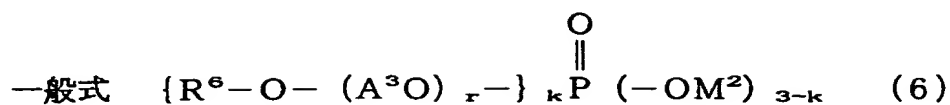
$$M_w / M_n \leq -0.183 \times K^{-0.930} \times \ln X + 1.327 \times K^{-0.065} \quad (4)$$

ただし、 $\ln X$ は X の自然対数; X は脂肪族アルコール 1 モル当たりのアルキレンオキサイドの平均付加モル数; K は一般式 (3) の R^5 の炭素数を示す。

さらに、本発明のリグノセルロース物質の蒸解助剤の第 3 の態様の特征とするところは、下記一般式 (5) で表されるアニオン性界面活性剤 (C) または/および下記一般式 (6) で表される化合物の 1 種または 2 種以上の化合物からなるアニオン性界面活性剤 (D) を含有する点にある。



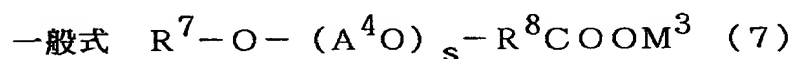
【化 6】



ただし、 R^6 は炭素数4～24の直鎖、分岐または環状の脂肪族1価炭化水素基； A^3 は炭素数3または4のアルキレン基； r は平均が0～15となる0または1以上の整数； k は1または2の整数； M^1 、 M^2 は一価の陽イオンを示す。

また、本発明のリグノセルロース物質の蒸解助剤の第4の態様の特徴とするところは、イ、ノニオン性界面活性剤（A）または／およびノニオン性界面活性剤（B）と、ロ、アニオン性界面活性剤（C）、アニオン性界面活性剤（D）およびアニオン性界面活性剤（E）の内から選ばれる1種以上のアニオン性界面活性剤を100/0、1～100/30の重量比率で配合した組成物を含有する点にある。

ただし、界面活性剤（A）～（D）は上記と同様のものであり、アニオン性界面活性剤（E）は下記一般式（7）で表される化合物の1種または2種以上の化合物である。



ただし、 R^7 は炭素数4～24の直鎖または分岐のアルキル基、アルケニル基またはモノもしくはジヒドロキシアルキル基； R^8 は炭素数1～6のアルキレン基； A^4 は炭素数3または4のアルキレン基； s は平均が0～15となる0または1以上の整数； M^3 は一価の陽イオンを示す。

さらに、本発明のパルプ製造方法の特徴とするところは、リグノセルロース物質を、蒸解助剤の存在下で、アルカリ蒸解または亜硫酸塩蒸解して、パルプを製造する方法において、蒸解助剤として、本発明の上記蒸解助剤、または、これと、キノン系蒸解助剤および／またはポリサルファイトを使用する点にある。

尚、本発明の上記蒸解助剤の添加後、添加中および／または添加前に、リグノセルロース物質を加熱することもある。

【0006】

まず、一般式(1)で表される化合物の1種または2種以上の化合物からなるノニオン性界面活性剤(A)について説明すると、 R^1 は、一般式(2)で示される分岐アルキル基であり、その炭素数は、通常、4～24、好ましくは6～20、特に好ましくは8～14である。炭素数が4未満であるか、24を越えると、界面活性が低下して、十分な浸透効果が得られない。尚、 R^1 が、上記のように、分岐アルキル基であれば、浸透効果の面で好ましい。

【0007】

一般式(2)で示されるアルキル基の具体例としては、イソブチル、イソペンチル、イソヘキシル、イソヘプチル、イソオクチル、2-エチルヘキシル、イソノニル、イソデシル、プロピレンのトリマーから合成される分岐ノニル、イソウンデシル、イソドデシル、プロピレンのテトラマーから合成される分岐ドデシル、イソトリデシル、イソテトラデシル、イソペンタデシル、イソヘキサデシル、イソヘプタデシル、イソオクタデシル、イソエイコシル、オキシ法によって合成される炭素数4～24の分岐アルキル基等が挙げられ、特に好ましいものは、2-エチルヘキシル、イソノニル、イソデシル、プロピレンのトリマーから合成される分岐ノニル、イソウンデシル、イソドデシル、プロピレンのテトラマーから合成される分岐ドデシル、イソトリデシル基である。

【0008】

一般式(1)の m は、通常、平均が4～20となる1以上の整数、好ましくは平均が5～18となる1以上の整数、特に好ましくは平均が6～16となる1以上の整数である。 m の平均が4未満であると、浸透効果が低下する。また、 m の平均が20を越えると、浸透効果が低下すると共に、泡立を抑制することが困難となる。

【0009】

一般式(1)の A^1 は、炭素数3または4のアルキレン基である。アルキレン基の炭素数が3未満であると、泡立ちを抑制する作用が少なくなり、洗浄機における黒液の濾水性の向上が望めなくなる。アルキレン基の炭素数が4を越えると、浸透性が低下すると共に、蒸解助剤のパルプへの吸着量が多くなり、パルプ表面物性が変化する。

また、一般式(1)の A^1O は、炭素数3～4のアルキレンオキシサイドの付加により形成されるオキシアルキレン基である。上記アルキレンオキシサイドとしては、プロピレンオキシサイド、1, 2-または2, 3-ブチレンオキシサイド、テトラヒドロフラン等および2種類以上の炭素数3～4のアルキレンオキシサイドの併用が挙げられ、好ましくは、プロピレンオキシサイドである。

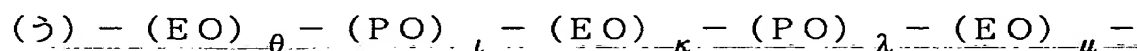
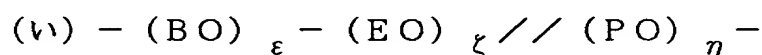
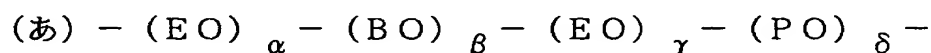
【0010】

一般式(1)の n は、通常、平均が0～15となる0または1以上の整数、好ましくは平均が0～10となる0または1以上の整数、特に好ましくは平均が0～7となる0または1以上の整数である。 n の平均が15を越えると、浸透効果が低下すると共に、蒸解助剤のパルプへの吸着量も多くなり、パルプ表面物性が変化する。

【0011】

一般式(1)の[]内は、 m モルのエチレンオキシサイド、または、これと n モルの炭素数3～4のアルキレンオキシサイドの(共)付加により形成されるポリオキシアルキレン基であり、 n の平均が1～15の場合の付加形式は、ランダム状および/またはブロック状、または、これらの混在したものとされる。なお、付加順序は問わない。

ノニオン性界面活性剤(A)の具体例としては、 R^1-OH で示されるアルコールに、エチレンオキシサイド、プロピレンオキシサイド、ブチレンオキシサイドを(あ)～(う)に示す順序で付加したものが挙げられる。なお、(EO)はエチレンオキシサイド残基、(PO)はプロピレンオキシサイド残基、(BO)はブチレンオキシサイド残基を、それぞれ、示し、()の横の添字は付加モル数を示し、/はランダム状に付加していることを示し、-はブロック状に付加していることを示し、< >内は各化合物の m および n と、 $\alpha \sim \lambda$ との関係を示している。



$$\langle m = \{\theta + \kappa + \mu\}, n = \{\iota + \lambda\} \rangle$$

【0012】

次に、一般式(3)で表されるノニオン性界面活性剤(B)について説明すると、 R^5 は直鎖、分岐または環状の脂肪族1価炭化水素基であり、その炭素数は、通常、4～20、好ましくは6～20、特に好ましくは8～14である。炭素数が4未満であるか、24を越えると、十分な浸透効果が得られないため、蒸解助剤として好ましくない。

【0013】

R^5 の具体例としては、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、オクチル、ノニル、デシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、ノナデシル基等の直鎖アルキル基；一般式(2)のアルキル基の具体例に示した分岐アルキル基；シクロヘキシル、エチルシクロヘキシル、プロピルシクロヘキシル、オクチルシクロヘキシル、ノニルシクロヘキシル、アダマンチル基等の環状のアルキル基；アリル、イソブテニル、ヘキセニル、オクテニル、ドデセニル、トリデセニル、ペンタデセニル、オレイル、ガドレイル、リノレイル基等の直鎖のアルケニル基若しくはアルカジエニル基；2-メチル-2-プロペニル、2,3-ジメチル-1,3-ブタジエニル、2-エチル-1-ヘキセニル、2-エチル-3-ヘキセニル、2,6-ジメチル-7-オクテニル、2,5,8-トリメチル-3,7-ノナジエニル、2,15-ジメチル-9,10-ヘキサデカジエニル基等の分岐のアルケニル基もしくはアルカジエニル基；4-メチル-1-シクロペンテニル、6-エチル-1,3-シクロヘキサジエニル、3,5-ジエチル-1-シクロペンテニル、3-(1-メチルブチル)-1-シクロヘキセニル、1-(2-プロペニル)-シクロヘキセニル基等の環状のアルケニル基が挙げられる。これらの内、炭素数6～20の直鎖または分岐のアルキル基またはアルケニル基が好ましい。

【0014】

一般式(3)のpは、通常、4～20、好ましくは5～18、特に好ましくは6～16の整数である。pが4未満であると、浸透効果が低下する。また、pが20を越えると、浸透効果が低下すると共に、泡立ちが多くなる。

【 0 0 1 5 】

一般式 (3) の A^2 は、炭素数 3 または 4 のアルキレン基である。アルキレン基の炭素数が 3 未満であると、泡立ちを抑制する作用が少なくなり、洗浄機における黒液の濾水性の向上が望めなくなる。一方、アルキレン基の炭素数が 4 を越えると、浸透性が低下すると共に、蒸解助剤のパルプへの吸着量が多くなり、パルプ表面物性が変化する。 A^2O の具体例としては、一般式 (1) の A^1O に示したものが挙げられ、好ましくは、プロピレンオキサイド残基である。

【 0 0 1 6 】

一般式 (3) の q は、通常、0 または 1 ~ 15、好ましくは 0 または 1 ~ 10、特に好ましくは 0 または 1 ~ 7 の整数である。 q が 15 を越えたものは、浸透効果が低下するため、蒸解助剤として好ましくない。

【 0 0 1 7 】

一般式 (3) の $[]$ は、 p モルのエチレンオキサイド、または、これと q モルの炭素数 3 ~ 4 のアルキレンオキサイドの (共) 付加により形成されるポリオキシアルキレン基を示す。 $[]$ 内の付加形式、具体例は、一般式 (1) で説明したものと同様である。なお、上記の場合における、 m および n と、 $\alpha \sim \lambda$ との関係式において、 m は p に、 n は q に置き換えられる。

【 0 0 1 8 】

また、本発明のノニオン性界面活性剤 (B) は下記の関係式 (4) を満たしている。

関係式

$$Mw/Mn \leq -0.183 \times K^{-0.930} \times L n X + 1.327 \times K^{-0.065} \quad (4)$$

重量平均分子量 (Mw) は、 N_i 個の分子量 M_i の分子 ($i = 1, 2, \dots$) からなる多分散系において、 $Mw = \sum (N_i \times M_i^2) \div \sum (N_i \times M_i)$ で表される。ただし、 \sum は合計を表す (以下、同じ)。また、数平均分子量 (Mn) は、 N_i 個の分子量 M_i の分子 ($i = 1, 2, \dots$) からなる多分散系において、 $Mn = \sum (N_i \times M_i) \div \sum N_i$ で表される。

重量平均分子量 (Mw) と数平均分子量 (Mn) の比 Mw/Mn は、分子量分布の程度を表す。 Mw/Mn は 1 以上の数となり、特に、 $Mw/Mn = 1$ のとき

には、単分散（単一分子量の化合物のみから構成されること）を意味する。

M_wおよびM_nの測定は、展開溶媒をテトラヒドロフランとしてゲルパーミエーションクロマトグラフ（GPC）法によって実施した。

【0019】

L_nXはXの自然対数、Xは脂肪族アルコール1モル当たりのアルキレンオキサイド（エチレンオキサイドを含む）の平均付加モル数、Kは一般式（3）のR⁵の炭素数を、それぞれ、示す。

ノニオン性界面活性剤（B）のM_w/M_nが関係式（4）を満たすと、良好な浸透効果が得られると共に、泡立ちの制御も容易となる。M_w/M_nが小さいことは、分子量分布幅が狭く、浸透効果を示す主成分の割合が増えることを意味する。特に、M_w/M_nが下記関係式（a）を満たすものが好ましい。

関係式

$$M_w/M_n \leq -0.183 \times K^{-0.930} \times L_n X + 1.31 \times K^{-0.065} \quad (a)$$

なお、L_nX、X、Kは関係式（4）と同じものを示す。

【0020】

M_w/M_nが上式（4）を満たすノニオン性界面活性剤（B）の製造法としては、[1] 公知の一般的触媒（リチウム、ナトリウム、カリウム、セシウム等のアルカリ金属の水酸化物、炭酸化物あるいはアミン化合物等の塩基性触媒）にくらべて、分子量分布を狭くできる触媒を使用し、脂肪族アルコールにアルキレンオキサイドを付加する方法、[2] 公知の一般的触媒を用いて、脂肪族アルコールにアルキレンオキサイドを1～3モル付加し、未反応アルコールを除去した後に、公知の一般的触媒を用いて、アルキレンオキサイドを付加する方法、[3] 上記の[1]の方法でアルキレンオキサイドを付加した後、公知の一般的な触媒を用いて、さらに、アルキレンオキサイドを付加する方法等が挙げられる。好ましくは、[1]の製造方法である。

分子量分布を狭くできる触媒としては、焼成した酸化マグネシウム含有化合物（特開平1-164437号公報）、焼成したハイドロタルク石（特開平2-71841号公報）、過塩素酸塩類（米国特許4,112,231号）、過ハロゲン酸（塩）、硫酸（塩）、硝酸（塩）および二価もしくは三価の金属アルコール

トから選ばれる触媒等が挙げられる。

【0021】

図1～図3は関係式(4)または(a)等を満たす範囲を示すもので、図中の斜線領域は関係式(4)を満たす範囲、網線領域は関係式(a)を満たす範囲を示している。なお、各図の横軸は関係式(4)または(a)のX、縦軸は M_w/M_n を、それぞれ、表している。また、図1は関係式(4)または(a)のKが4の場合、図2はKが12の場合、図3はKが24の場合を、それぞれ、示している。さらに、公知の一般的触媒(水酸化カリウム)を用いて、エチレンオキシドを付加したときの結果を、上記各図の細い曲線で示している。

【0022】

本発明のノニオン性界面活性剤(A)またはノニオン性界面活性剤(B)のHLBは、好ましくは、6～18、特に好ましくは、10～16.5である。HLBが6～18であると、より高い浸透効果が得られる。

【0023】

ここで、HLBとは、有機性と無機性を示す数値(小田、寺村著「界面活性剤の合成と其応用」501頁、槇書店)を合計することにより計算されるHLB(Hydrophile-Lipophile Balance)である。

【0024】

次に、一般式(5)で表されるアニオン性界面活性剤(C)及び一般式(6)で表される化合物の1種または2種以上の化合物からなるアニオン性界面活性剤(D)について説明すると、 R^6 は直鎖、分岐または環状の脂肪族1価炭化水素基であり、その炭素数は、通常、4～24、好ましくは6～20、特に好ましくは8～14である。炭素数が4未満であるか、24を越えると、浸透力が低下するため、蒸解助剤として好ましくない。 R^6 の具体例としては、一般式(3)の R^5 の具体例と同様のものが挙げられ、好ましくは、炭素数6～20の直鎖または分岐のアルキル基またはアルケニル基である。

【0025】

一般式(6)の A^3 は炭素数2～4のアルキレン基を表す。炭素数が2未満では、浸透性の向上が望めず、また、炭素数が4を越えると、蒸解助剤のパルプへ

の吸着量が増加するため、パルプ表面物性が変化する。 A^3 の具体例としては、エチレン基、プロピレン基、1, 2-または2, 3-ブチレン基、テトラメチレン基等が挙げられ、好ましくはプロピレン基である。

【0026】

一般式(6)の r は、通常、平均が0~15となる0または1以上の整数、好ましくは平均が0~10となる0または1以上の整数、特に好ましくは平均が0~7となる0または1以上の整数である。 r の平均が15を越えると、浸透効果が低下するため、蒸解助剤として好ましくない。

【0027】

アニオン性界面活性剤(D)としては、一般式(6)の k が1のモノホスフェート、 k が2のジホスフェートおよびこれらの混合物が使用できる。好ましくはモノホスフェートおよびこれを主体とする(55重量%以上含有する)混合物である。モノーおよび/またはジホスフェートの他に、 k が3のトリホスフェートが少割合(5重量%以下)副生していてもよい。さらに、モノー、ジホスフェートおよび/またはトリホスフェートが2分子以上縮合してできる縮合物を副生していてもよい。

【0028】

一般式(5)の M^1 および一般式(6)の M^2 は一価の陽イオンを表す。 M^1 および M^2 が二価以上の陽イオンであると、不溶化しやすくなり、浸透力が低下して、パルプ収率の向上が望めない。また、蒸解助剤のパルプへの吸着が起りやすくなり、パルプの表面物性を変化させる。上記陽イオンとしては、例えば、水素イオン、ナトリウム、カリウムおよびリチウム等のアルカリ金属イオン；アンモニウムイオン、有機アンモニウムイオンが挙げられる。この内、有機アンモニウムイオンとしては、炭素数4~26の第4級アンモニウムイオン、例えば、テトラメチルアンモニウムイオン、ヘキシルトリメチルアンモニウムイオン、オクタトリメチルアンモニウムイオン、2-エチルヘキシルトリメチルアンモニウムイオン、ジデシルジメチルアンモニウムイオン、トリオクチルメチルアンモニウムイオン、ジラウリルジメチルアンモニウムイオン等；炭素数1~25の1級、2級または3級アルキルアミンに水素イオンが結合して得られる陽イオン、例

例えば、メチルアミン（モノ、ジまたはトリアミン。以下同じ）、エチルアミン、プロピルアミン、ラウリルアミン、ステアリルアミン、ラウリルジメチルアミンおよびシクロヘキシルアミン、トリオクチルアミン、ジラウリルモノメチルアミン等のアミンに水素イオンが結合した陽イオン；炭素数 2～24 のアルカノールアミンに水素イオンが結合して得られる陽イオン、例えば、エタノールアミン（モノ、ジまたはトリアミン。以下同じ）、プロパノールアミン、ブタノールアミンおよびオクタノールアミン等のアルカノールアミンに水素イオンが結合して得られる陽イオンが挙げられる。これらの内、特に好ましいものは、アルカリ金属では、ナトリウム、有機アンモニウムイオンでは、2-エチルヘキシルトリメチルアンモニウムイオン、オクチルトリメチルアンモニウムイオン、トリエタノールアミンの陽イオンである。

一般式（6）において、 $k = 1$ の場合、 M^2 は同種または異種の陽イオンを示す。

【 0 0 2 9 】

次に、一般式（7）により表される化合物の 1 種または 2 種以上の化合物からなるアニオン性界面活性剤（E）について説明すると、 R^7 は直鎖または分岐のアルキル基、アルケニル基またはモノもしくはジヒドロキシアルキル基であり、その炭素数は、通常、4～24、好ましくは 6～20、特に好ましくは 8～14 である。炭素数が 4 未満であるか、24 を越えると、十分な浸透効果が得られず、蒸解助剤として好ましくない。 R^7 としては、モノヒドロキシヘキシル基、モノヒドロキシオクチル基、モノヒドロキシデシル基、モノヒドロキシドデシル基、ジヒドロキシドデシル基等の炭素鎖の末端または中間にヒドロキシ基の結合した、モノもしくはジヒドロキシアルキル基の他、一般式（3）の R^5 の具体例に示したアルキル基およびアルケニル基が挙げられる。

【 0 0 3 0 】

一般式（7）の A^4 は炭素数 2～4 のアルキレン基を表す。炭素数が 2 未満では、浸透性の向上が望めず、また、炭素数が 4 を越えると、蒸解助剤のパルプへの吸着量が増加するため、パルプ表面物性が変化する。 A^4 の具体例としては、エチレン基、プロピレン基、1, 2-または 2, 3-ブチレン基、テトラメチレ

ン基等が挙げられる。これらの内、好ましいのはプロピレン基である。

【0031】

一般式(7)の s は、通常、平均が0～15となる0または1以上の整数、好ましくは平均が0～10となる0または1以上の整数、特に好ましくは平均が0～7となる0または1以上の整数である。 s の平均が15を越えると、浸透効果が低下するため、蒸解助剤として好ましくない。

【0032】

一般式(7)の R^8 はアルキレン基で、その炭素数は、通常、1～6、好ましくは1～4、特に好ましくは1または2である。炭素数が1未満であると、化学的に不安定であり、炭素数が6を超えると、製造が容易でなくなる。尚、 R^8 が存在しないと、アニオン性界面活性剤(E)は不安定である。

【0033】

一般式(7)の M^3 は一価の陽イオンを表す。陽イオンとしては、一般式(5)の M^1 と同様のものが挙げられ、これらの内、特に好ましいものは、アルカリ金属イオンでは、ナトリウムイオン、有機アンモニウムイオンでは、2-エチルヘキシルトリメチルアンモニウムイオン、オクチルトリメチルアンモニウムイオン、トリエタノールアミンの陽イオンである。

【0034】

本発明の蒸解助剤は下記組成物を含有することが好ましい。該組成物は、イ、ノニオン性界面活性剤(A)またはノニオン性界面活性剤(B)と、ロ、アニオン性界面活性剤(C)～(E)から選ばれる1種以上のアニオン性界面活性剤を配合(併用)したものである。界面活性剤(A)～(E)は、それぞれ、単独で用いても、良好な効果が得られるが、これらを併用(配合)することによって、単独使用時よりも泡立ちの増加をほとんど伴わず、高温下でも大きな浸透効果を発揮できる。

【0035】

ノニオン性界面活性剤(A)またはノニオン性界面活性剤(B)と、アニオン性界面活性剤(C)～(E)から選ばれる1種以上のアニオン性界面活性剤の重量比率は、通常、100/0.1～100/30、好ましくは100/

0.3~100/20、特に好ましくは100/0.5~100/10である。
重量比率が100/0.1~100/30の範囲で、特に浸透効果が高くなる。

【0036】

本発明に係わる蒸解助剤を適用するリグノセルロース物質としては、木材（針葉樹、広葉樹）または非木材（草本類）およびこれら由来のパルプが挙げられる。非木材の具体例としては、ケナフ、バガスまたはバンブー等がある。

【0037】

本発明におけるアルカリ蒸解方法としては、クラフト法、ソーダ法、炭酸ソーダ法、ポリサルファイド法等による蒸解方法が挙げられる。また、蒸解設備は連続式またはバッチ式のいずれでもよい。さらに、蒸解システムとして、従来の連続蒸解式以外に、修正クラフト蒸解（MCC）、アイソサーマル蒸解（ITC）またはローソリッド（Lossolid）蒸解の方式にも適用できる。

【0038】

本発明における亜硫酸塩蒸解方法としては、アルカリ性亜硫酸塩法、中性亜硫酸塩法、重亜硫酸塩法等による蒸解方法が挙げられる。

【0039】

界面活性剤（A）～（E）の添加量は、絶乾相当のリグノセルロース物質に対して、通常、0.001~2重量%、好ましくは0.0015~1.0重量%、特に好ましくは0.002~0.5重量%である。添加量が0.001~2重量%であると、経済的でありながら、パルプ収率、蒸解速度を向上できる。

【0040】

リグノセルロース物質を、蒸解助剤の存在下で、アルカリ蒸解または亜硫酸塩蒸解して、パルプを製造する方法において、蒸解助剤として、本発明の蒸解助剤を単独で使用してもよいし、キノン系蒸解助剤および／またはポリサルファイドと、本発明の蒸解助剤を併用してもよい。キノン系蒸解助剤および／またはポリサルファイドと、本発明の蒸解助剤を併用した場合の方が、蒸解後のカップー価、蒸解収率およびパルプ強度において、より優れた効果が得られる。

キノン系蒸解助剤および／またはポリサルファイドを、本発明の蒸解助剤と併用する場合、キノン系蒸解助剤、ポリサルファイド、アルカリ性蒸解液（白液）

および亜硫酸塩を各々単独で添加してもよいし、これらの任意の2つ以上の組み合わせを同時に添加してもよい。

【0041】

キノン系蒸解助剤としては、ジヒドロキシアントラセン、アントラキノ、メチルアントラキノ、エチルアントラキノ、ジヒドロアントラキノ、テトラヒドロアントラキノ、ナフトキノ、メチルナフトキノ、フェナントレン等があり、特に好ましくはジヒドロキシアントラセン、アントラキノ、メチルアントラキノ、エチルアントラキノ、ジヒドロアントラキノ、テトラヒドロアントラキノが挙げられる。キノン系蒸解助剤の添加量は、絶乾相当のリグノセルロース物質に対して、通常、0.005～3重量%、好ましくは0.01～1重量%である。添加量が0.005～3重量%であると、経済的でありながら、蒸解収率、パルプ強度を向上でき、カップ価を低下できる。

【0042】

ポリサルファイドとしては、リグノセルロース物質の蒸解液を酸化して得られるもの、苛性ソーダに単体イオウを添加したもの等が挙げられる。ポリサルファイドの添加量は、単体イオウ換算で、絶乾相当のリグノセルロース物質に対して、通常、0.1～2重量%、好ましくは0.5～1.5重量%である。添加量が0.1～2重量%であると、経済的でありながら、蒸解収率、パルプ強度を向上でき、カップ価を低下できる。

【0043】

キノン系蒸解助剤および／またはポリサルファイドと、界面活性剤(A)～(E)を併用する場合の重量(配合)比率は、通常、1/400～5000/1、好ましくは1/100～1667/1、特に好ましくは1/50～1250/1である。重量比率が1/400～5000/1であると、蒸解収率、パルプ強度を向上でき、カップ価を低下できる。

【0044】

界面活性剤(A)～(E)のいずれかを、蒸解前に、あらかじめ、リグノセルロース物質に添加して、使用するパルプの製造方法において、本発明の蒸解助剤を添加する場合には、蒸解助剤そのものをリグノセルロース物質に添加する方法

、もしくは蒸解助剤の水溶液をリグノセルロース物質に添加する方法のいずれを用いてもよい。上記の内、本発明の蒸解助剤を、1～50重量%水溶液として添加することが、リグノセルロース物質の水分増加を来すことなく、リグノセルロース物質の隅々までまんべんなく蒸解助剤を添加させることができるので、特に好ましい。

また、本発明の蒸解助剤のリグノセルロース物質への添加方法は、リグノセルロース物質に蒸解助剤を噴霧する方法または塗布する方法、および蒸解助剤にリグノセルロース物質を浸漬する方法等があるが、設備的な簡便さの観点から、リグノセルロース物質に噴霧する方法が好ましい。

本発明の蒸解助剤のリグノセルロース物質への添加の時期は、蒸解する直前までのいずれのタイミングであってもよいが、蒸解工程までの間に、水等によって、添加した蒸解助剤が洗い流される可能性のある場合は、それを回避する処置を講じるのが好ましい。回避策の一例として、蒸解助剤を添加したリグノセルロース物質を屋内やストックタンクに貯蔵する方法等が挙げられる。

【0045】

界面活性剤（A）～（E）をリグノセルロース物質に添加する際（添加後、添加中および／または添加前（尚、これは、添加後、添加中、添加前の何れか、または、上記3つの時期の任意の2つ以上の時期を意味している。以下、同様。））には、リグノセルロース物質を加熱するのが好ましい。加熱によって、アルカリ性蒸解液（白液）、亜硫酸塩、キノン系蒸解助剤、ポリサルファイド等をリグノセルロース物質の内部まで浸透させることができる。

リグノセルロース物質の加熱の時期は蒸解前で、界面活性剤（A）～（E）の添加前、添加中および／または添加後のいずれであってもよいが、添加した界面活性剤（A）～（E）と加熱したリグノセルロース物質との接触時間が、0.5分以上確保できることが好ましい。

加熱手段としては、スチームをリグノセルロース物質に直接接触させて加熱する方法、赤外線加熱機によってリグノセルロース物質を加熱する方法、または、リグノセルロース物質を入れた容器を外部から熱媒にて加熱する方法等がある。

上記1番目の方法で、リグノセルロース物質をスチーミングベッセルに投入し、

スチームを直接接触させて、加熱する方法が一般的である。加熱温度としては、好ましくは50～180℃、特に好ましくは80～160℃である。180℃を超えない方が、リグノセルロース物質の蒸解後の強度を低下させにくいという点で好ましい。加熱時間は、通常、0.5分～30分であり、好ましくは1分～10分である。

【0046】

本発明の蒸解助剤をリグノセルロース物質に添加する際に、リグノセルロース物質を加熱した後、キノン系蒸解助剤および／またはポリサルファイドを添加するのがより好ましい。本発明の蒸解助剤をリグノセルロース物質に添加して、50～180℃に加熱した後、キノン系蒸解助剤および／またはポリサルファイドを添加することが特に好ましい。

【0047】

界面活性剤(A)～(E)は、公知の方法で、下記のようにして、製造できる。例えば、ノニオン性界面活性剤(A)の場合には、脂肪族アルコールに、公知の触媒下で、アルキレンオキサイドを80～200℃で付加反応させることにより、製造できる。

また、ノニオン性界面活性剤(B)の場合には、上記のように、[1]分子量分布を狭くできる触媒を使用して、脂肪族アルコールにアルキレンオキサイドを付加する方法、[2]公知の一般的触媒を用いて、脂肪族アルコールにアルキレンオキサイドを1～3モル付加し、未反応アルコールを除去した後に、公知の一般的触媒を用いて、アルキレンオキサイドを付加する方法等により製造できる。

さらに、アニオン性界面活性剤(C)の場合には、パラフィンに SO_2 を反応させて製造する方法(具体的には、オキシスルホネーション法やオキシクロリネーション法)によって、スルホン酸化合物を製造した後、これを、アルカリ金属水酸化物(水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等)、アンモニアおよび有機アミンから選ばれる1種以上の化合物で所定量中和することにより、得ることができる。また、 M^1 が第4級アンモニウムイオンであるアニオン性界面活性剤(C)の場合には、上記の中和後に、トリエチルメチルアンモニウムメチルカーボネートのメタノール溶液等の第4級アンモニウム炭酸塩メタノール溶液で、さらに、

塩交換し、次に、メタノールを留去する事により、得ることができる。

また、アニオン性界面活性剤 (D) の場合には、脂肪族アルコールにリン酸化合物 (無水リン酸、ポリリン酸、オキシ塩化リン等) を反応させて、リン酸エステル化合物を製造した後、これを、アニオン性界面活性剤 (C) の場合と同様の化合物で所定量中和 (塩交換) することにより、得ることができる。

さらに、アニオン性界面活性剤 (E) の場合には、ノニオン性界面活性剤 (A)、ノニオン性界面活性剤 (B) またはこれらの前駆体 (脂肪族アルコールもしくはそのアルキレンオキサイド低モル付加物等) にモノクロルアルキルカルボン酸 (モノクロル酢酸等) を反応させて、カルボン酸化合物を製造した後、これを、アニオン性界面活性剤 (C) の場合と同様の化合物で所定量中和 (塩交換) することにより、得ることができる。また、 R^7 がモノもしくはジヒドロキシアルキル基である場合のアニオン性界面活性剤 (E) は、アルケニルモノオールのアルキレンオキサイド付加物にモノクロルアルキルカルボン酸 (モノクロル酢酸等) を反応させて、カルボン酸化合物を製造し、次いで、ジボランを反応させて、ヒドロキシホウ素化させた後、アルカリ下 (NaOH 等) で過酸化水素水を反応させることにより、得ることができる。

【0048】

各界面活性剤 (A) ~ (E) の単独、または、これらを併用 (配合) したものの具体例を以下に示す。ただし、下記の式中において、(EO) はエチレンオキサイド残基、(PO) はプロピレンオキサイド残基、(BO) は 1, 2-ブチレンオキサイド残基、(THF) はテトラヒドロフラン残基を、それぞれ、示し、() の右横の添字は平均付加モル数 (いくつかの単一分子の混合物のモル平均から計算できる数値) を示し、// はランダム状に付加していることを示し、- はブロック状に付加していることを示す (以下、同じ)。また、{ } 内の (M_w/M_n) は実測値から算出した値、(M_w/M_n)_{cal.} は関係式 (4) の右辺の値、HLB は有機性と無機性を示す数値から計算した値を、それぞれ、示す。

[界面活性剤 (A) の具体例]

A1 : イソデシル-O-(PO)₁-(EO)₁₀-H

{ (M_w/M_n) = 1.213、

$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.091, HLB; 14.5$

A2: イソドデシル-O- $[(EO)_{10} / (PO)_1 / (BO)_{0.5}] - H$

A3: イソオクタデシル-O- $(EO)_4 - (BO)_1 - (EO)_5 - H$

A4: 2-エチルヘキシル-O- $(PO)_1 - (EO)_8 - (PO)_1 - H$

A5: イソブチル-O- $(PO)_1 - [(EO)_{12} / (PO)_1] - H$

A6: イソデシル-O- $[(EO)_{18} / (PO)_3] - (PO)_7 - H$

A7: イソブチル-O- $(EO)_7 - (PO)_1 - H$

A8: イソテトラエイコシル-O- $(EO)_{16} / (PO)_5 - H$

A9: イソエイコシル-O- $(EO)_{16} / (BO)_{0.1} - H$

A10: 2-エチルヘキシル-O- $[(EO)_{10} / (PO)_1] - H$

$\{ (Mw/Mn) = 1.201,$

$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.096, HLB; 14.5$

A12: イソデシル-O- $(EO)_{10} - H$

A13: 2-エチルヘキシル-O- $(EO)_{12} - H$

A14: 2, 4-ジメチルヘプチル-O- $[(EO)_9 / (PO)_2] - H$

A15: イソオクタデシル- $(EO)_{20} - (THF)_1 - H$

A16: イソテトラデシル-O- $(EO)_{20} - (PO)_{15} - H$

A17: イソヘキシル-O- $[(EO)_4 / (PO)_{0.1}] - H$

A18: イソエイコシル-O- $(EO)_{20} - (PO)_{10} - H$

[0049]

[界面活性剤 (B) の具体例]

B1: n-オクチル-O- $[(EO)_{10} / (PO)_1] - H$

$\{ (Mw/Mn) = 1.056,$

$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.096, HLB; 14.3$

B2: 2-エチルヘキシル-O- $[(EO)_{10} / (PO)_1] - H$

$\{ (Mw/Mn) = 1.053,$

$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.096, HLB; 14.5$

B3: n-オクチル-O- $[(EO)_{10} / (PO)_2] - H$

$\{ (Mw/Mn) = 1.043,$

$$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.093\}$$

B 4 : n-トリデセニル-O-(EO)₁₅-(PO)₇-H

$$\{(Mw/Mn) = 1.037,$$

$$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.071\}$$

B 5 : イソデシル-O-(PO)₃-(EO)₁₈-(PO)₄-H

$$\{(Mw/Mn) = 1.039,$$

$$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.073\}$$

B 6 : n-オクタデセニル-O-(EO)₁₅-H

$$\{(Mw/Mn) = 1.041,$$

$$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.066, HLB; 12.8\}$$

B 7 : エチルシクロヘキシル-O-(EO)₁₂-H

$$\{(Mw/Mn) = 1.039,$$

$$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.093, HLB; 15.9\}$$

B 8 : n-ヘキシル-O-(EO)₈-H

$$\{(Mw/Mn) = 1.041,$$

$$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.109\}$$

B 9 : エチルシクロヘキシル-O-(EO)₁₆-H

$$\{(Mw/Mn) = 1.036,$$

$$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.086\}$$

B 10 : 2-エチルヘキシル-O-(EO)₁₀-H

$$\{(Mw/Mn) = 1.038,$$

$$(Mw/Mn)_{cal.} = 1.098\}$$

$$(Mw/Mn = 1.038)$$

◎ B 1 ~ B 10 の製造方法

脂肪族アルコール 1 モルに対して、過塩素酸アルミニウム・9 水塩を 0.00

0.3 モル添加し、単独もしくはブロック付加物の場合は、(EO) または (PO

) を 2.5 モル、ランダム付加物の場合は、各化学式中に示した (EO) と (P

O) のモル比で混合したものを合計 2.5 モル、100℃にて付加反応を実施し

、中間体を得た。さらに、この中間体に、最終生成物の 0.07 重量%に相当す

る水酸化ナトリウムを添加し、110℃にて、(EO)もしくは(PO)を単独、ブロックまたはランダムにて追加付加した。

【0050】

[界面活性剤(C)の具体例]

C1: テトラデシル- SO_3Na

C2: n-デセニル- $\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})_3$

C3: テトラデシル- SO_3Na

C4: イソヘキシル- $\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})_3$

C5: エイコシル- $\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{NH}_2\text{C}_{12}\text{H}_{25}$

【0051】

[界面活性剤(D)の具体例]

D1: n-オクチル- $\text{O}-\text{PO}_3\text{H} \cdot \text{N}(\text{CH}_3)_3\text{C}_8\text{H}_{17}$

D2: オクチル- $\text{O}-\text{PO}_3\text{H} \cdot \text{N}(\text{CH}_3)_3\text{C}_8\text{H}_{17}$

D3: イソドデシル- $\text{O}-\text{PO}_3(\text{Na})_2$

【0052】

[界面活性剤(E)の具体例]

E1: ドデシル- $\text{O}-(\text{EO})_3-\text{CH}_2\text{COONa}$

E2: ヘキシル- $\text{O}-\text{C}_3\text{H}_6\text{COOK}$

E3: 2-ヒドロキシドデシル- $\text{O}-\text{CH}_2\text{COONa}$

E4: 2-エチルヘキシル- $\text{O}-\text{CH}_2\text{COO} \cdot \text{N}(\text{CH})_3\text{C}_8\text{H}_{17}$

E5: n-ドデシル- $\text{O}-(\text{EO})_3-\text{CH}_2\text{COONa}$

【0053】

[界面活性剤(A)～(E)を併用(配合)したものの具体例]

AC1: A1とC1を100/1の重量比で併用したもの。

BE2: B1とE3を100/20の重量比で併用したもの。

AE3: A1とE3を100/10の重量比で併用したもの。

AD4: A1とD1を100/0.1の重量比で併用したもの。

AC5: A10とC1を100/0.3の重量比で併用したもの。

BC6: B2とC1を100/0.5の重量比で併用したもの。

【0054】

以下、実施例および比較例により、本発明をさらに説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、上記化合物A1、B2、B6、B7、C1、C2、D1、F1、F2およびF3を実施例に使用し、以下に示すX1～X7を比較例に使用した。

X1 : n-オクチル-O-[(EO)₁₀/(PO)₁]-H

{(Mw/Mn) = 1.204、

(Mw/Mn)_{cal.} = 1.096、HLB ; 14.3}

未反応アルコール0.9重量%

X2 : 2, 4, 6-トリエチル-エイコシル-O-(EO)₂₀-H

{(Mw/Mn) = 1.024、

(Mw/Mn)_{cal.} = 1.047、HLB ; 12.4}

未反応アルコール0.3重量%

X3 : イソプロピル-O-(PO)₁-(EO)₆-(PO)₁-H

{(Mw/Mn) = 1.047、

(Mw/Mn)_{cal.} = 1.099、HLB ; 15.1}

未反応アルコール0.6重量%

X4 : イソオクタデシル-O-[(EO)₂₂/(PO)₁₆]-H

{(Mw/Mn) = 1.022、

(Mw/Mn)_{cal.} = 1.054、HLB ; 10.2}

未反応アルコール0.3重量%

X5 : n-プロピル-SO₃Na

X6 : X1とX5を100/10の比率で併用したもの。

X7 : オクチルフェニル-O-(EO)₁₀-H

◎X1の製造方法

最終生成物重量の0.07重量%に相当する水酸化ナトリウムを、オクチルアルコールに添加し、(EO)と(PO)を10/1のモル比で混合したものを、110℃にて付加した。

◎X2、X4の製造方法

脂肪族アルコール 1 モルに対して、過塩素酸アルミニウム・9 水塩を 0. 0 0 0 3 モル添加し、X 2 の場合は、(E O) を 2. 5 モル、X 3 の場合は、(P O) を 1 モルと (E O) を 1. 5 モルをこの順序で、X 4 の場合は、(E O) と (P O) を 2 2 / 1 6 のモル比で混合したものを合計 2. 5 モル、それぞれ、1 0 0℃にて付加反応を実施し、中間体を得た。さらに、この中間体に、最終生成物の 0. 0 7 重量%に相当する水酸化ナトリウムを添加し、1 1 0℃にて (E O) もしくは (P O) を単独、ブロックまたはランダムにて追加付加した。

【0 0 5 5】

以下の実施例 1 ～ 7 1 および比較例 1 ～ 6 2 で実施した蒸解後（試験用）パルプの調整法、蒸解後カップー価、蒸解収率、比引裂強度、裂断長、比破裂強度、泡立ち（泡高）の測定方法、蒸解蒸気量およびスケール付着量の測定法を下記に示す。

＜蒸解後（試験用）パルプの調整法＞

蒸解が終了したパルプを布袋に入れて、水道水で十分に洗浄した後、フラットスクリーン（熊谷理機工業製）により未蒸解繊維を除去し、次に、ヌッチェにより吸引ろ過して、シート状にしたものを蒸解後パルプとした。さらに、「J I S P 8 2 1 0」記載の P F I ミルにより、「J I S P 8 1 2 1」記載のカナダ標準濾水度で、4 5 0 m L に調製した後、「J I S P 8 2 0 9」記載の方法で、手抄シート（これを紙質試験用パルプとした）を作成し、紙質試験に供した。

【0 0 5 6】

＜蒸解後カップー価の測定法＞

蒸解後パルプのカップー価を、「J I S P 8 2 1 1」記載の方法により、測定した。

【0 0 5 7】

＜蒸解収率の測定法＞

蒸解前の絶乾重量と蒸解後パルプの絶乾重量を測定し、後者を前者で除した数を重量%で表記して、蒸解収率とした。

【0 0 5 8】

<比引裂強度の測定法>

紙質試験用パルプを使用し、「J I S P 8116」記載の方法で、比引裂強度を測定した。

【0059】

<裂断長の測定法>

紙質試験用パルプを使用し、「J I S P 8113」記載の方法で、裂断長を測定した。

【0060】

<比破裂強度の測定法>

紙質試験用パルプを使用し、「J I S P 8112」記載の方法で、比破裂強度を測定した。

【0061】

<泡立ち（泡高）の測定方法>

蒸解黒液からパルプを除去した黒液10mLを、100mLの共栓付きメスシリンドーに入れて、栓をし、80℃に温調した後、鉛直方向に30cmの振幅で、1秒間に2往復の速さで20回振とうし、振とう前の黒液上面から振とう後の泡上面までの高さを、泡立ち（泡高）として、測定した。

【0062】

<蒸解蒸気量の測定法>

蒸解用オートクレーブの加熱用熱媒として使用した蒸気量を、積算式流量計で測定した。

【0063】

<スケール付着量の測定法>

蒸解を終了したオートクレーブの内部を5回水洗し、循風乾燥機により、105℃で2時間乾燥した。その後、オートクレーブ内に5%塩酸195mLを入れて、24時間浸漬し、その塩酸を300mLナスフラスコに移し、ロータリーエバポレーターにより、700mmHgで且つ95℃の状態、10mLまで濃縮させた後、重量既知の磁製るつぽに移して、ガスバーナー加熱により、蒸発乾固させた。乾固後の重量を測定し、空のるつぽの重量を差し引いて、スケールの付

着量とした。

【0064】

＜実施例1～17、比較例1～12＞

広葉樹チップ30gを200mLオートクレーブに詰め、これに、試薬NaOHおよび Na_2S から調製した活性アルカリ15%で且つ硫化度30%のクラフト蒸解液を液比4で加えた後、本発明の蒸解助剤（A1, B2, B6, B7, C1, C2, D1, AC1, BE2およびAE3）、比較の蒸解助剤（X1～7）または／および1, 4-ジヒドロ-9, 10-ジヒドロキシアントラセンを、下記の表1に示した添加量で添加して、160℃で2時間蒸解を行った。評価結果を表1に示す。

【0065】

【表1】

試験 No	蒸解助剤		キノ ン 添加 量 **	蒸解後 カップ価	蒸解 収率 %	比引裂 強度	裂断長 k m	比破裂 強度	泡立ち mm	スチ 付着量 mg
	助剤の 化合物	添加量 *								
実施例										
1	A 1	0.01	0	19.9	47.3	108	5.6	4.4	26	0.10
2	A 1	0.001	0	20.2	46.9	104	5.3	4.2	25	0.17
3	A 1	0.01	0.05	19.2	48.8	119	6.4	5.2	26	0.21
4	A 1	1.00	0	19.4	47.4	108	5.6	4.6	28	0.12
5	A 1	1.00	0.05	18.0	49.3	118	6.6	5.3	28	0.20
6	B 2	0.01	0	19.7	47.5	109	5.7	4.4	26	0.11
7	B 6	0.01	0	19.8	47.3	108	5.7	4.4	25	0.12
8	B 7	0.01	0	19.5	47.7	110	5.8	4.3	26	0.11
9	C 1	1.00	0	19.9	47.1	106	5.6	4.4	47	0.07
10	C 1	0.01	0	19.8	47.3	108	5.6	4.4	26	0.12
11	C 2	0.01	0	19.9	47.3	107	5.6	4.3	26	0.11
12	D 1	0.01	0	19.9	47.3	108	5.6	4.4	28	0.10
13	AC 1	0.01	0	19.2	47.7	109	5.7	4.6	26	0.10
14	AC 1	1.00	0	18.7	47.9	111	5.9	4.8	28	0.06
15	AC 1	0.01	0.05	18.0	49.1	119	6.5	5.3	26	0.19
16	BE 2	0.01	0	19.2	47.6	107	5.8	4.8	26	0.11
17	AE 3	0.01	0	19.3	47.7	109	5.8	4.7	26	0.12
比較例										
1	X 1	0.01	0	21.7	46.3	104	5.3	3.7	26	1.30
2	X 1	0.01	0.05	20.2	47.6	114	6.2	4.2	25	2.73
3	X 1	1.00	0	21.4	46.7	105	5.3	3.6	28	1.02
4	X 1	1.00	0.05	20.1	47.7	115	6.4	4.3	28	2.21
5	X 2	0.01	0	21.8	46.4	104	5.3	3.7	26	1.24
6	X 3	0.01	0	21.7	46.3	105	5.3	3.7	25	1.35
7	X 4	0.01	0	21.8	46.3	105	5.4	3.8	26	1.27
8	X 5	0.01	0	21.7	46.4	104	5.4	3.7	26	1.25
9	E 5	0.01	0	21.8	46.3	105	5.3	3.7	27	1.19
10	X 6	0.01	0	21.8	46.4	105	5.3	3.7	26	1.32
11	ブランク	0	0	22.3	46.0	103	5.2	3.5	25	1.95
12	ブランク	0	0.05	20.3	47.5	112	6.1	4.2	25	3.32

* チップ絶乾重量に対する重量%

** チップ絶乾重量に対する重量% (1, 4-ジヒドロ-9, 10-ジヒドロキシアントラセン使用)

【0066】

<実施例18～34、比較例13～24>

針葉樹チップ30gを200mLオートグレーブに詰め、これに、絶乾チップ
あたりNaOH19%に相当するソーダ蒸解液を液比5で加えた後、本発明の蒸
解助剤(A1, B2, B6, B7, C1, C2, D1, AC1, BE2およびA
E3)、比較の蒸解助剤(X1～7)または／および9, 10-ジヒドロキシア

ントラセンを、下記の表 2 に示す添加量で添加して、165℃で2時間蒸解を行った。評価結果を表 2 に示す。

【0067】

【表 2】

試験 No	蒸解助剤		キノ ン 添加量 **	蒸解後 α ⁺ -価	蒸解 収率 %	比引裂 強度	裂断長 km	比破裂 強度	泡立ち mm	スケール 付着量 mg
	助剤の 化合物	添加量 *								
実施例										
18	A1	0.01	0	37.4	48.2	174	7.7	7.0	35	0.15
19	A1	0.001	0	37.6	48.1	173	7.6	7.0	34	0.17
20	A1	0.01	0.05	35.7	50.1	177	9.2	7.5	35	0.26
21	A1	1.00	0	37.0	48.6	174	7.6	7.1	37	0.09
22	A1	1.00	0.05	35.1	50.1	178	9.3	7.5	37	0.21
23	B2	0.01	0	37.4	48.4	174	7.8	7.2	35	0.14
24	B6	0.01	0	37.4	48.2	175	7.8	7.2	35	0.13
25	B7	0.01	0	37.4	48.5	176	7.9	7.3	34	0.13
26	C1	1.00	0	37.0	48.6	174	7.7	7.1	55	0.08
27	C1	0.01	0	37.4	48.2	174	7.7	7.3	34	0.14
28	C2	0.01	0	37.4	48.2	174	7.7	7.2	34	0.15
29	D1	0.01	0	37.4	48.1	174	7.7	7.2	34	0.14
30	AC1	0.01	0	37.0	48.7	175	7.7	7.2	34	0.14
31	AC1	1.00	0	36.7	49.3	178	8.3	7.2	37	0.09
32	AC1	0.01	0.05	35.1	50.6	179	9.1	7.6	34	0.19
33	BE2	0.01	0	37.1	48.6	176	7.8	7.3	34	0.15
34	AE3	0.01	0	37.0	48.7	176	7.7	7.2	34	0.14
比較例										
13	X1	0.01	0	38.3	47.3	172	7.5	6.9	35	1.75
14	X1	0.01	0.05	36.6	48.5	176	8.4	7.2	34	3.10
15	X1	1.00	0	38.2	47.4	172	7.6	6.9	37	1.61
16	X1	1.00	0.05	36.3	48.6	176	8.4	7.2	37	2.97
17	X2	0.01	0	38.3	47.3	172	7.5	7.0	34	1.72
18	X3	0.01	0	38.4	47.3	172	7.6	6.9	34	1.77
19	X4	0.01	0	38.3	47.4	172	7.6	6.9	35	1.74
20	X5	0.01	0	38.3	47.3	173	7.5	7.0	35	1.75
21	E5	0.01	0	38.4	47.4	172	7.6	6.9	35	1.73
22	X6	0.01	0	38.5	47.4	172	7.5	6.9	35	1.74
23	ブランク	0	0	38.6	47.1	172	7.4	6.5	33	2.54
24	ブランク	0	0.05	36.5	48.4	176	8.4	7.1	33	3.92

* チップ絶乾重量に対する重量%

** チップ絶乾重量に対する重量% (9, 10-ジヒドロキシアントラセン使用)

【0068】

<実施例 35～51、比較例 25～36>

亜麻 20g を 200mL のオートクレーブに詰め、これに、 Na_2SO_3 17%

とNaOH 3.5%を含む蒸解液を加えた後、本発明の蒸解助剤（A1, B2, B6, B7, C1, C2, D1, AC1, BE2およびAE3）、比較の蒸解助剤（X1～7）または／および9, 10-アントキノンを、下記の表3に示す添加量で添加して、170℃で4.5時間蒸解を行った。評価結果を表3に示す。

【0069】

【表3】

試験 No	蒸解助剤		キノ ン 添加量 **	蒸解後 カハ°-価	蒸解 収率 %	比引裂 強度	裂断長 k m	泡立ち mm	スケール 付着量 mg
	助剤の 化合物	添加量 *							
実施例									
35	A1	0.01	0	10.4	57.6	171	7.6	20	0.12
36	A1	0.001	0	10.6	57.4	170	7.6	19	0.14
37	A1	0.01	0.05	8.1	59.7	187	8.9	19	0.21
38	A1	1.00	0	9.6	58.3	173	8.0	22	0.07
39	A1	1.00	0.05	8.1	59.8	186	8.8	22	0.18
40	B2	0.01	0	10.2	57.9	172	7.8	20	0.11
41	B6	0.01	0	10.3	57.8	171	7.8	19	0.11
42	B7	0.01	0	10.0	58.2	175	8.1	20	0.12
43	C1	1.00	0	9.6	58.5	180	8.1	32	0.06
44	C1	0.01	0	10.3	57.7	172	7.9	19	0.13
45	C2	0.01	0	10.3	57.7	171	7.8	20	0.12
46	D1	0.01	0	10.4	57.8	171	7.8	20	0.12
47	AC1	0.01	0	9.9	58.1	176	7.8	19	0.12
48	AC1	1.00	0	9.5	58.6	180	8.2	22	0.08
49	AC1	0.01	0.05	8.1	59.8	187	8.8	20	0.20
50	BE2	0.01	0	10.0	58.2	176	7.9	20	0.12
51	AE3	0.01	0	9.9	58.1	176	7.9	20	0.13
比較例									
25	X1	0.01	0	11.2	57.0	168	7.2	19	1.41
26	X1	0.01	0.05	8.7	58.3	174	8.5	20	2.67
27	X1	1.00	0	11.0	57.2	168	7.1	22	1.16
28	X1	1.00	0.05	8.6	58.4	175	8.6	22	2.43
29	X2	0.01	0	11.1	57.0	166	7.2	19	1.37
30	X3	0.01	0	11.2	57.0	167	7.1	19	1.45
31	X4	0.01	0	11.2	57.1	166	7.1	20	1.44
32	X5	0.01	0	11.2	57.0	167	7.2	19	1.47
33	E5	0.01	0	11.2	57.0	166	7.1	21	1.45
34	X6	0.01	0	11.1	57.0	165	7.1	20	1.46
35	ブランク	0	0	11.5	56.7	165	6.8	18	1.85
36	ブランク	0	0.05	8.8	58.2	173	8.4	18	3.13

* チップ絶乾重量に対する重量%

** チップ絶乾重量に対する重量%（9, 10-アントラキノン使用）

【0070】

<実施例52～59、比較例37～44>

針葉樹チップ30gを200mLオートクレープに詰め、これに、試薬NaOHおよび Na_2S から調製した活性アルカリ15%で且つ硫化度30%のクラフト蒸解液を液比5で加えた後、本発明の蒸解助剤(A1, AC1)、比較の蒸解助剤(X1)、1,4-ジヒドロ-9,10-ジヒドロキシアントラセンまたは／および粉末イオウを苛性ソーダ溶液に溶解して調製したポリサルファイドを、下記の表4に示す添加量で添加して、160℃で2時間蒸解を行った。評価結果を表4に示す。

【0071】

【表4】

試験 No	蒸解助剤		キノ ン 添 加 量 * *	ポリサル ファ イト [*] 添 加 量 * * *	蒸解後 残 [*] 率 [*]	蒸解 収 率 %	比引裂 強度	裂断長 k m	泡立ち mm	スケール 付着量 mg
	助剤の 化合物	添加量 *								
実施例										
5 2	A 1	0.01	0	0	33.3	49.1	176	7.9	35	0.16
5 3	A 1	0.01	0.05	0	31.4	51.0	180	9.3	36	0.27
5 4	A 1	0.01	0.05	0.5	31.1	52.1	183	9.5	35	0.27
5 5	A 1	0.01	0	0.5	32.8	50.8	179	9.2	35	0.15
5 6	A C 1	0.01	0	0	32.8	49.6	178	8.1	35	0.14
5 7	A C 1	0.01	0.05	0	30.7	51.5	183	9.5	35	0.26
5 8	A C 1	0.01	0.05	0.5	30.5	52.8	185	9.8	34	0.27
5 9	A C 1	0.01	0	0.5	32.2	51.3	182	9.4	35	0.14
比較例										
3 7	X 1	0.01	0	0	34.4	48.1	174	7.6	35	1.72
3 8	X 1	0.01	0.05	0	32.7	49.4	177	8.6	35	3.13
3 9	X 1	0.01	0.05	0.5	32.3	50.2	179	8.8	36	3.15
4 0	X 1	0.01	0	0.5	33.9	49.2	178	8.6	35	1.71
4 1	ブランク	0	0	0	34.5	48.1	174	7.6	34	2.56
4 2	ブランク	0	0.05	0	32.8	49.3	177	8.6	35	3.82
4 3	ブランク	0	0.05	0.5	32.4	50.1	179	8.7	35	3.91
4 4	ブランク	0	0	0.5	34.0	49.0	177	8.6	35	2.61

* チップ絶乾重量に対する重量%

** チップ絶乾重量に対する重量% (1,4-ジヒドロ-9,10-ジヒドロキシアントラセン使用)

*** チップ絶乾重量に対する重量% (元素イオウとして)

【0072】

<実施例60～67、比較例45～58>

広葉樹チップ30gを200mLオートクレープに詰め、これに、試薬NaOH

Hおよび Na_2S から調製したクラフト蒸解液を液比4で加えた後、本発明の蒸解助剤(A1)、比較の蒸解助剤(X1)、1,4-ジヒドロ-9,10-ジヒドロキシアントラセンまたはノおよび粉末イオウを苛性ソーダ溶液に溶解して調製したポリサルファイドを、下記の表5に示す添加量で添加して、160℃で2時間蒸解を行った。評価結果を表5に示す。

ただし、本実施例及び比較例(比較例52を除く。)においては、それらの銅価が、比較例52の銅価22.3(蒸解条件;蒸解助剤無添加、活性アルカリ:15%、硫化度:30%、蒸解温度:160℃、蒸解時間:2時間で蒸解したときの蒸解後の銅価)と同じになるように、試験の蒸解条件(活性アルカリ、硫化度、蒸解温度、蒸解時間)を調整した。これらの蒸解条件を表5に示す。

【0073】

【表5】

試験 No	蒸解剤 助剤の 化合物	蒸解助剤 添加量 *	キノ ン 添加量 ***	ポリオレフィン 添加量 ***	活性アクリル (%)	硫化度 (%)	蒸解温度 (℃)	蒸解時間 (時間)	蒸解 収率 %	比引裂 強度	裂断長 k m	比破裂 強度	泡立ち mm	スケール 付着量 mg	蒸解蒸気 使用量 ***
実施例															
60	A1	0.01	0	0	15	27	160	2	46.2	105	5.3	3.6	26	0.10	100
61	A1	0.01	0	0	13.4	30	160	2	46.2	105	5.4	3.6	26	0.11	100
62	A1	0.01	0.05	0	15	14.7	160	2	46.3	106	5.3	3.7	26	0.21	100
63	A1	0.01	0.05	0	15	30	160	1.5	46.4	105	5.4	3.7	26	0.20	75
64	A1	0.01	0.05	0.5	11.1	30	160	1.5	46.5	106	5.5	3.8	25	0.22	75
65	A1	0.01	0.05	0.5	15	14.7	135	2	46.5	107	5.5	3.9	26	0.21	84
66	A1	0.01	0	0.5	15	30	138	2	46.3	105	5.3	3.8	25	0.11	86
67	A1	0.01	0	0.5	11.1	30	160	2	46.3	105	5.3	3.7	25	0.12	100
比較例															
45	X1	0.01	0	0	15	29.5	160	2	46.0	104	5.2	3.5	26	1.33	100
46	X1	0.01	0.05	0	15	18	160	2	46.1	105	5.3	3.6	25	2.83	100
47	X1	0.01	0.05	0	15	30	160	1.8	46.1	105	5.2	3.6	26	2.76	91
48	X1	0.01	0.05	0.5	12.6	30	160	1.8	46.2	105	5.3	3.7	26	2.85	90
49	X1	0.01	0.05	0.5	15	18	153	2	46.3	106	5.3	3.7	25	2.81	94
50	X1	0.01	0	0.5	15	30	156	2	46.1	104	5.3	3.6	25	1.28	96
51	X1	0.01	0	0.5	14.1	30	160	2	46.1	104	5.2	3.6	25	1.28	100
52	ア ニ ン	0	0	0	15	30	160	2	46.0	103	5.2	3.5	25	1.96	100
53	ア ニ ン	0	0.05	0	15	18	160	2	46.1	104	5.2	3.6	25	3.31	100
54	ア ニ ン	0	0.05	0	15	30	160	1.8	46.1	104	5.2	3.6	26	3.37	91
55	ア ニ ン	0	0.05	0.5	12.8	30	160	1.8	46.2	104	5.3	3.6	26	3.39	91
56	ア ニ ン	0	0.05	0.5	15	18	155	2	46.2	105	5.3	3.6	25	3.38	96
57	ア ニ ン	0	0	0.5	15	30	157	2	46.1	104	5.2	3.6	25	2.09	97
58	ア ニ ン	0	0	0.5	14.3	30	160	2	46.1	103	5.2	3.6	26	2.02	100

※実施例61～68、比較例45～58の蒸解後パルプのカッパ価はすべて22.3

チップ絶対乾重量に対する重量%

チップ絶対乾重量に対する重量%

チップ絶対乾重量に対する重量% (元素イオウとして)

***蒸解剤無添加時 (比較例52) を100とした場合の指数で表示した。

(1, 4-ジヒドロ-9, 10-ジヒドロキシアントラセン使用)

<実施例 6 8 ~ 7 1、比較例 5 9 ~ 6 2>

本発明の蒸解助剤 (A 1) または比較の蒸解助剤 (X 1) を添加後、加熱 (スチーミング) した場合:

針葉樹チップ 3 0 g を 2 0 0 m L オートクレーブに詰め、これに、試薬 N a O H および N a₂S から調整した活性アルカリ 1 5 % で且つ硫化度 3 0 % のクラフト蒸解液を液比 5 で加え、本発明の蒸解助剤 (A 1) または比較の蒸解助剤 (X 1) を添加した後、1 0 0 °C で 5 分間スチーミングを実施した。この後、1, 4 - ジヒドロ- 9, 1 0 - ジヒドロキシアントラセンまたはノおよび粉末イオウを苛性ソーダ溶液に溶解して調製したポリサルファイドを、下記表 6 に示す添加量で添加して、1 6 0 °C で 2 時間蒸解を行った。評価結果を表 6 に示す。

表 4 の結果と比較すると、本発明の蒸解助剤は添加後に加熱する方が、さらに効果が大となることが判る。

【 0 0 7 5 】

【表 6】

試験 No	蒸解助剤		スターミン が時間 分	キノ ン 添加量 **	ポリサルファ イド添加 量	蒸解後 カップ価	蒸解 収率 %	比引裂 強度	裂断長 k m	泡立ち	スケール 付着量 m g
	助剤の 化合物	添加量 *									
実施例											
68	A 1	0.01	5	0	0	32.6	49.9	179	8.1	35	0.09
69	A 1	0.01	5	0.05	0	30.7	51.9	183	9.6	36	0.19
70	A 1	0.01	5	0.05	0.5	30.3	53.2	185	9.7	35	0.19
71	A 1	0.01	5	0	0.5	32.1	51.8	182	9.4	35	0.09
比較例											
59	X 1	0.01	5	0	0	34.3	48.2	174	7.7	35	1.72
60	X 1	0.01	5	0.05	0	32.5	49.5	177	8.6	35	3.12
61	X 1	0.01	5	0.05	0.5	32.4	50.3	179	8.9	36	3.14
62	X 1	0.01	5	0	0.5	33.9	49.3	179	8.6	35	1.70

* チップ絶乾重量に対する重量%

** チップ絶乾重量に対する重量% (1, 4-ジヒドロ-9, 10-ジヒドロキシアントラセン使用)

*** チップ絶乾重量に対する重量% (元素イオウとして)

【0076】

【発明の効果】

本発明の蒸解助剤は、リグノセルロース物質のアルカリ蒸解または亜硫酸塩蒸解に使用することにより、以下のような効果を有する。

- (1) 蒸解速度、パルプ収率およびパルプ強度を向上できる。
- (2) キノン系蒸解助剤による蒸解促進効果をさらに高めることができる。
- (3) 操業効率やメンテナンスに悪影響を及ぼす蒸解装置内のスケールの付着を

抑制できる。

以上のような効果を有することから、本発明の蒸解助剤は、パルプ製造において重要な原木原単位やエネルギー原単位を低下させることができ、良質な製品を経済的に生産でき、極めて実用的に使用できる。さらに、本発明の蒸解助剤の使用により、泡立ちを抑制するための装置や消泡剤の添加等を不要とでき、上記従来の課題を極めて有効かつ経済的に解決できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

K が 4 の場合の関係式 (4) または (a) 等を満たす範囲を示すグラフである。

【図 2】

K が 1 2 の場合の関係式 (4) または (a) 等を満たす範囲を示すグラフである。

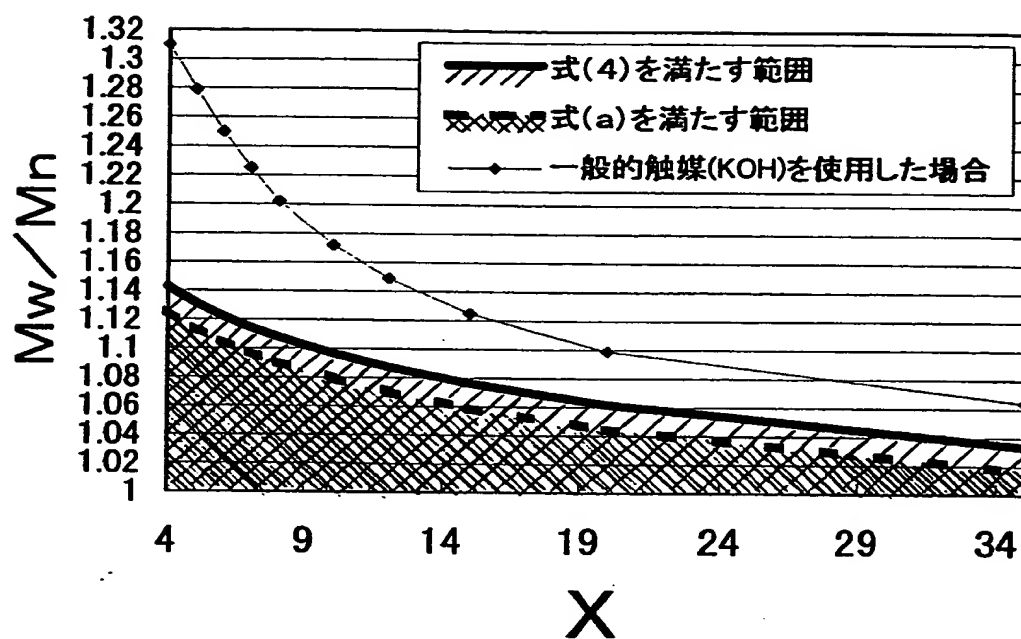
【図 3】

K が 2 4 の場合の関係式 (4) または (a) 等を満たす範囲を示すグラフである。

【書類名】 図面

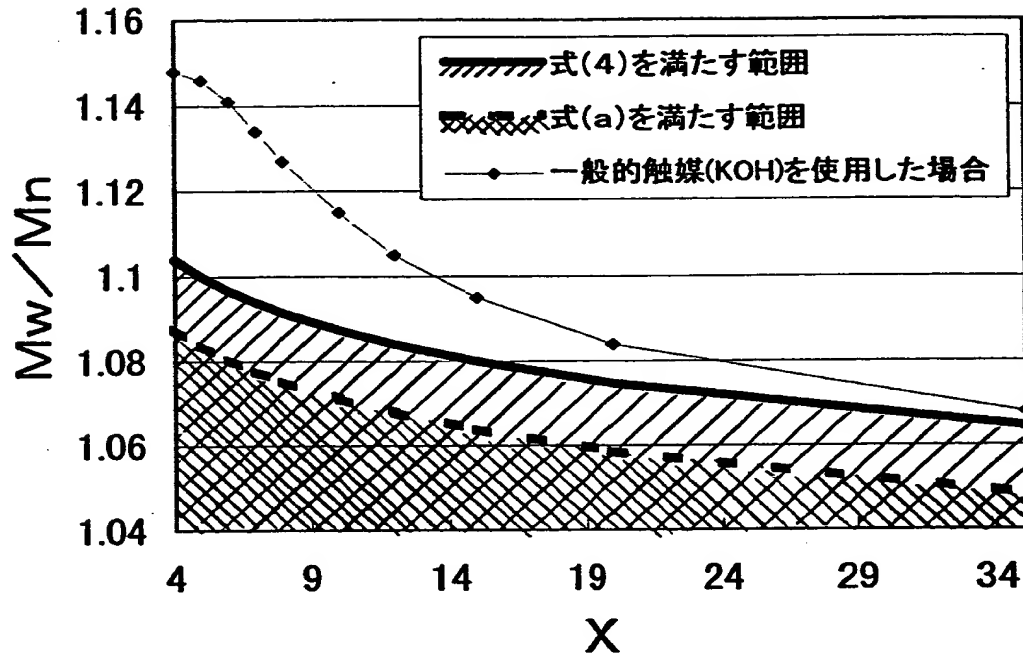
【図 1】

(K=4)



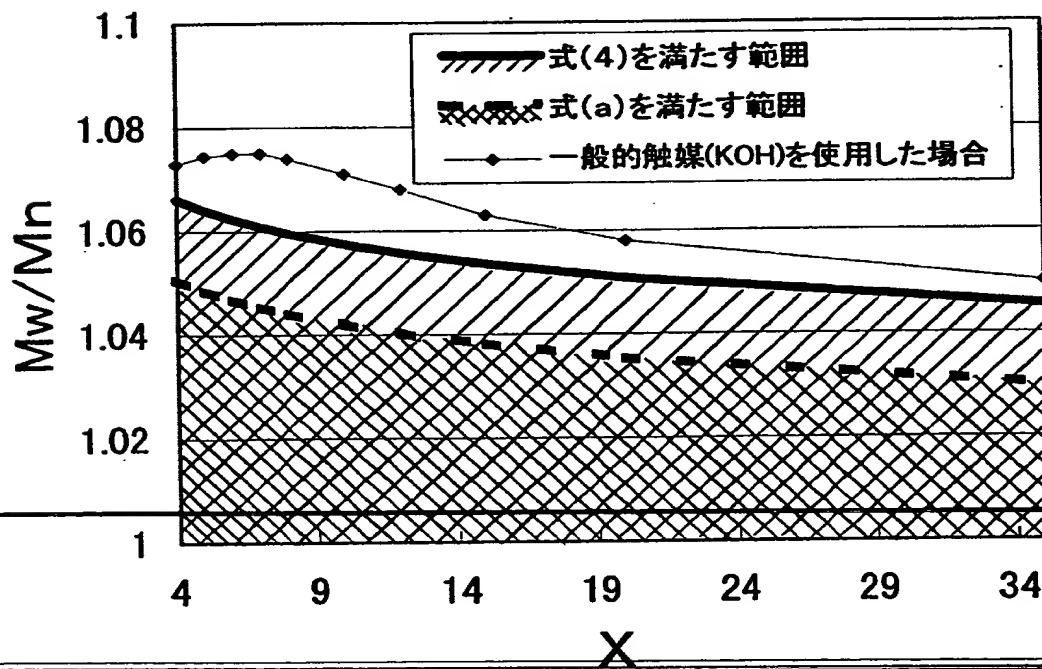
【図 2】

(K=12)



【図 3】

(K=24のとき)

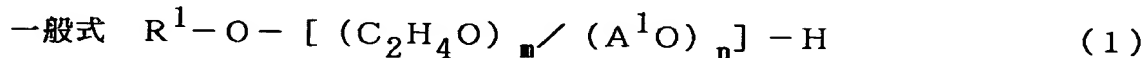


【書類名】要約書

【要約】

【課題】 リグノセルロース物質の蒸解工程において、パルプ収率、蒸解速度およびパルプ品質を向上させる。

【解決手段】 下記一般式（１）で示される化合物の１種または２種以上の化合物からなるノニオン性界面活性剤（Ａ）を含有する。



ただし、 R^1 は炭素数４～２４の分岐アルキル基； m は平均が４～２０となる１以上の整数； A^1 は炭素数３または４のアルキレン基； n は平均が０～１５となる０または１以上の整数を示す。 n の平均が１～１５の場合、[]内の結合形式はランダム状および／またはブロック状である。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-045333
受付番号	50000204194
書類名	特許願
担当官	兼崎 貞雄 6996
作成日	平成12年 4月 5日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成12年 2月23日

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000122298]

1. 変更年月日 1996年10月21日
[変更理由] 名称変更
住 所 東京都中央区銀座4丁目7番5号
氏 名 王子製紙株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002288]

1. 変更年月日 1990年 8月 8日

[変更理由] 新規登録

住 所 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1

氏 名 三洋化成工業株式会社